

(11)特許出願公開番号

特開2001-348294

(P2001-348294A)

(43)公開日 平成13年12月18日(2001.12.18)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

FI

テ-マコ-ト・(参考)

C 3 0 B 15/10

**C 3 0 B 15/10**

4 G 0 1 4

C O 3 B 20/00

C 0 3 B 20/00

H 4G077

審査請求 未請求 請求項の数7 O.L (全 8 頁)

(21)出願番号 特願2000-163645(P2000-163645)

(22)出題日 平成12年5月31日(2000.5.31)

(71)出願人 000190138

信越石英株式会社

東京都新宿区西新宿1丁目22番2号

(72) 究明者 大浜 康生

福井県武生市北府2丁目13番60号 信越石  
英株式会社武生工場内

(72)発明者 松井 宏

福井県武生市北府2丁目13番60号 信越石  
英株式会社武生工場内

(74)代理人 100080230

井理士 石原 詔二

Fターム(参考) 4G014 AH02 AH08

4G077 AA02 BA04 CF10 EG02 HA12

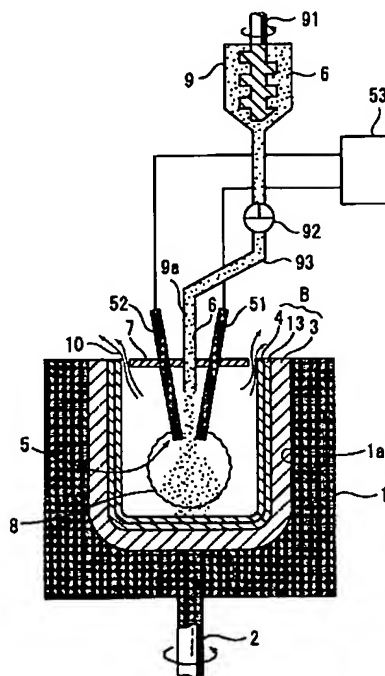
PD02

(54)【発明の名称】 多層構造の石英ガラスルツボ及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】シリコン単結晶引上げに用いる石英ガラスルツボの構成を、天然石英ガラスからなり気泡を多数含む半透明の外層と、合成石英ガラスからなり実質的に無気泡の透明な内層の間に、合成石英ガラスからなり気泡を多数含む半透明の中間層を設けて少なくとも三層構造とすることにより、シリコン融液内の熱対流を抑制し、融液表面に振動の発生しないようにした多層構造の石英ガラスルツボ及びその製造方法を提供する。

【解決手段】石英ガラスルツボを、天然石英ガラスからなる半透明の外層、合成石英ガラスからなる半透明の中間層、及び合成石英ガラスからなる透明の内層、の少なくとも三層を有する多層構造としたことを特徴とするようにした。



BEST AVAILABLE COPY

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 天然石英ガラスからなる半透明の外層、合成石英ガラスからなる半透明の中間層、及び合成石英ガラスからなる透明の内層、の少なくとも三層を有することを特徴とする多層構造の石英ガラスルツボ。

【請求項2】 前記中間層の厚さが外層の厚さ以下であることを特徴とする請求項1記載の多層構造のシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボ。

【請求項3】 前記外層の厚さが1mm以上かつ石英ガラスルツボの全体の厚さの90%以下であることを特徴とする請求項1または2記載の多層構造の石英ガラスルツボ。

【請求項4】 前記中間層の厚さが0.5mm以上かつ石英ガラスルツボの全体の厚さの50%以下であることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項記載の多層構造の石英ガラスルツボ。

【請求項5】 前記内層の厚さが0.5mm以上かつ石英ガラスルツボの全体の厚さの70%以下であることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項記載の多層構造の石英ガラスルツボ。

【請求項6】 回転するモールド内に天然原料粉を供給して、遠心力によりルツボ形状の外層成型体を成型し、次いで合成原料粉を供給して、遠心力により該外層成型体の内面側にルツボ形状の中間層成型体を成型して2層成型体を成型した後、該2層成型体を加熱溶融して天然石英ガラス製半透明外層及び合成石英ガラス製半透明中間層を形成する外層及び中間層形成工程と、該外層及び中間層の形成中もしくは形成後に、該外層及び中間層内の加熱雰囲気内に新たに合成原料粉を供給し、該中間層の内面側に合成石英ガラス製透明内層を形成する内層形成工程と、からなることを特徴とする多層構造の石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項7】 回転するモールド内に天然原料粉を供給して、遠心力によりルツボ形状の外層成型体を成型した後、該外層成型体を溶融して天然石英ガラス製半透明外層を形成する外層形成工程と、該外層の形成後に、該外層の内面側に合成石英粉原料を供給して、遠心力によりルツボ形状の中間層成型体を該外層の内面側に成型した後、該中間層成型体を溶融して該外層の内面側に合成石英ガラス製半透明中間層を形成する中間層形成工程と、該中間層の形成中もしくは形成後に、該中間層内の加熱雰囲気内に新たに合成原料粉を供給し、ルツボ中間層の内面側に合成石英ガラス製透明内層を形成する内層形成工程と、からなることを特徴とする多層構造の石英ガラスルツボの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体製造用のシリコン単結晶の引上げに好適に使用される多層構造の石英ガラスルツボ、及びその石英ガラスルツボの製造方法

に関する。

【0002】

【関連技術】従来、チョクラルスキー法（CZ法）によるシリコン単結晶の製造には、シリコン融液を収容する容器として、通常、石英ガラスルツボが使用される。この石英ガラスルツボは、天然（結晶質）石英を粉碎し精製した石英粉体を原料として、モールド内で成型し、次いでアーク加熱により溶融することによって製造するのが一般的である。この方法により製造される石英ガラスルツボは、回転するモールド内に供給した石英原料粉を遠心力を利用してモールドの内壁に沿って堆積させルツボ形状の成型体を形成した後、その成型体を内側からアーク放電によって加熱溶融して得られるものであり、内表面は平滑で、全体が半透明の外観を呈するものであった。

【0003】この半透明石英ガラスルツボは、内部に微細な気泡を高密度で数多く含有していることから、シリコン単結晶の引上げ時に外部加熱源からルツボ内部への熱伝達を均一にするという機能をそなえており、そのため、シリコン融液に接する内表面が平滑であることと同様に、多気泡であることは石英ガラスルツボに不可欠な要素とされてきた。

【0004】本出願人らは、石英ガラスルツボの性能向上について鋭意研究を重ねた結果、ルツボ内表面が平滑であるのはもちろんのこと、この平滑な内表面から所定の厚さ（約0.5～2mm）を実質的に無気泡の透明層とし、外側の部分を前記多気泡の半透明層とすることによって二層構造の石英ガラスルツボとし、これがシリコン単結晶の引上げ用に極めて優れていることを確認して、そのルツボの構造ならびに製造方法を既に提案した（特公平4-22861号公報、特公平7-29871号公報、特公平7-42193号公報等）。

【0005】この石英ガラスルツボの製造方法は、回転するモールド内に二酸化珪素粉を供給して、遠心力によりルツボ形状の成型体に成型した後、石英粉を加熱溶融して半透明石英ガラス製ルツボ外層（基体）を形成する外層（基体）形成工程、及びこのルツボ外層（基体）の形成中もしくは形成後に、該ルツボ外層（基体）内の加熱雰囲気内に新たに二酸化珪素粉を供給し、該ルツボ外層の内面側に透明石英ガラス製ルツボ内層を形成する内層形成工程、から構成されるものである。

【0006】更に、近年のシリコン単結晶の大口径化、低欠陥化に伴い、石英ガラスルツボに更なる高純度化が要求されるようになったため、本出願人らは、透明な内層と半透明の外層とからなる前記二層構造の石英ガラスルツボの内層を、合成石英粉を原料として形成することを提案した（特許第2811290号、特許第2933404号等）。

【0007】前記合成石英ガラスからなる内層を持つ石英ガラスルツボは、不純物の含有量が極めて少なく、シ

リコン単結晶引上げに伴うルツボ内表面の肌荒れやクリストバライト斑点の発生が非常に少ないため、内層が天然石英ガラスからなるルツボと比較して、より長時間の操業が可能となるという利点を持つ。

【0008】しかしながら、前記内層が合成石英ガラスからなるルツボは、内層が天然石英ガラスからなるルツボに比べ、ポリシリコンを熔融した後、その融液表面が振動するという現象が発生し易いことが知られている。融液表面が振動すると種結晶を融液に浸ける際の作業が困難となり、いわゆる「種付け」作業に時間を要し結果的に生産性を低下させたり、引上げの途中で単結晶インゴットに乱れが生じたりする等の問題が発生するおそれがあった。

【0009】この融液表面の振動の発生機構のひとつとして、石英ガラスルツボ内面すなわち石英ガラス表面とシリコン融液表面の接触部分での反応が何らかの影響で活性化された場合、 $\text{SiO}$ ガスの発生が増大し、融液が石英ガラス表面からはじかれ易くなるために、融液表面の振動が発生するのではないかと考えられている。

【0010】この考えに基づき本出願人は、石英ガラスルツボの赤外線（IR）透過率に着目し、IR透過率の高いルツボを既に提案している（特願平11-22883号）。この特許出願には、IR透過率を向上させることにより石英ガラスルツボ内面が低温となるため、上記反応が抑制され、融液表面の振動を相対的に減少させることが可能となる旨が述べられている。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】こうした現状に鑑み、本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、石英ガラスルツボ内面が低温であることに加え、石英ガラスルツボ内面の位置による温度差を少なくすることによってシリコン融液内部の熱対流を抑制することができ、シリコン融液と石英ガラスルツボ表面との接触部分の反応を更に抑制できることを見出し本発明を完成した。

【0012】すなわち、本発明は、シリコン単結晶引上げに用いる石英ガラスルツボの構成を、天然石英ガラスからなり気泡を多数含む半透明の外層と、合成石英ガラスからなり実質的に無気泡の透明な内層の間に、合成石英ガラスからなり気泡を多数含む半透明の中間層を設けて少なくとも三層構造とすることにより、シリコン融液内の熱対流を抑制し、融液表面に振動の発生しないようにした多層構造の石英ガラスルツボ及びその製造方法を提供することを目的とする。

【0013】

【課題を解決するための手段】前記目的を達成するため、本発明の多層構造の石英ガラスルツボは、天然石英ガラスからなる半透明の外層、合成石英ガラスからなる半透明の中間層、及び合成石英ガラスからなる透明の内層、の少なくとも三層を有することを特徴とする。

【0014】本発明の石英ガラスルツボにおける半透明

層とは、気泡を多数含む半透明の外層を呈している石英ガラス層をいい、また、透明層とは実質的に気泡を含まない透明な石英ガラス層をいう。

【0015】上記合成石英ガラス製半透明層は、天然石英ガラス製半透明層に比べ、相対的にIR透過率が低く、外部熱源からの温度分布をより緩和する能力を持つという面がある。したがって、天然石英ガラス製半透明外層と、合成石英ガラス製透明内層の間に、合成石英ガラス製半透明の中間層を設けることによって、石英ガラスルツボ内面の位置による温度差が少なくなり、シリコン融液の熱対流を抑制することができる。その結果、石英ガラスルツボ表面とシリコン融液との接触部分の反応が低減され、融液表面の振動が抑制されると考えられる。

【0016】なお、本発明において「天然石英ガラス」とは、天然シリカを原料として得られた石英ガラスのことをいい、同様に「合成石英ガラス」とは、高純度シラン等の珪素化合物より製造された石英ガラスのことをいう。

【0017】前記熱対流の抑制のみに着目すると石英ガラスルツボの半透明層全体を合成石英ガラスから構成すればよいと考えられるが、この場合は石英ガラスルツボの内表面が高温となるため、結果的に石英ガラスルツボ表面とシリコン融液との接触部分の反応を活性化させることになり、融液表面の振動を促すことになってしまい、なお且つ合成石英ガラスは天然石英ガラスに比べ高温粘度が低いことから石英ガラスルツボ自体の熱耐性を低下させるという悪影響もあり、好ましくない。また、半透明層全体を全て合成石英ガラスにしようすると、高価な合成原料粉の使用量が増えることになるためコスト的にも不利である。

【0018】これらの理由により、本発明の多層構造の石英ガラスルツボにおいては、天然石英ガラスからなる多気泡の半透明外層、合成石英ガラスからなる多気泡の半透明中間層、合成石英ガラスからなり実質的に無気泡の透明内層、の三層を少なくともそなえることが必要となる。この三層に加えて、例えば第2又は第3の中間層として特開平9-255476号公報に開示されるごとく不純物移動防止層を設けることや、さらには特開平11-171684号公報に開示されるごとく結晶化促進剤含有層を設ける等、特定の作用等を見える他の層を設けることにより、四層、五層、さらにはそれ以上の多層構造とすることも可能である。

【0019】本発明における合成石英ガラス製中間層の厚さは天然石英ガラス製外層の厚さ以下であることが望ましい。この中間層の厚さが外層の厚さを超えると、前述したように相対的に耐熱性が低下するため、高温におけるルツボ全体の強度が不足するおそれがあり、またコスト的にも不利となるが、本発明の作用効果を達成する限り、中間層の厚さを上記した以上に厚くすることも可能

である。

【0020】本発明における天然石英ガラス製外層の厚さは1mm以上で全厚の90%以下、好ましくは2mm以上で全厚の80%以下であることが望ましい。この外層の厚さが1mm未満である場合、石英ガラスルツボ全体に必要な肉厚を考慮しても強度不足となる場合があり、またこの外層を薄くして半透明の合成石英ガラス製中間層を厚くすれば、前述したように耐熱性（強度）の問題とコスト上の問題が生じるが、本発明の作用効果を達成する限り、外層の厚さを1mm未満とすることも可能である。

【0021】一方、本発明における天然石英ガラス製外層の厚さが石英ガラスルツボ全体の厚さの90%を超えると、石英ガラスルツボ内表面の位置による温度差を小さくすることによりシリコン融液の熱対流を抑制して融液面振動を低減するという本発明の効果を十分に得ることができなくなってしまう場合があるが、本発明の作用効果を達成する限り外層の厚さが90%を超える構成とすることも可能である。

【0022】上記合成石英ガラス製中間層の厚さは0.5mm以上で石英ガラスルツボ全体の厚さの50%以下、好ましくは1mm以上で石英ガラスルツボ全体の厚さの40%以下であることが望ましい。

【0023】上記合成石英ガラス製内層の厚さは0.5mm以上、好ましくは1mm以上で、石英ガラスルツボ全体の厚さの70%以下であることが望ましい。また、この内層のうち内表面から深さ方向1mmまでの平均OH濃度は100～400ppmとすることが望ましい。

【0024】本発明の多層構造の石英ガラスルツボの製造方法の第1の態様は、回転するモールド内に天然原料粉を供給して、遠心力によりルツボ形状の外層成型体を成型し、次いで合成原料粉を供給して、遠心力により該外層成型体の内面側にルツボ形状の中間層成型体を成型して2層成型体を成型した後、該2層成型体を加熱溶解して天然石英ガラス製半透明外層及び合成石英ガラス製半透明中間層を形成する外層及び中間層形成工程と、該外層及び中間層の形成中もしくは形成後に、該外層及び中間層内の加熱雰囲気内に新たに合成石英原料粉を供給し、該中間層の内面側に合成石英ガラス製透明内層を形成する内層形成工程、からなることを特徴とする。

【0025】本発明の多層構造の石英ガラスルツボの製造方法の第2の態様は、回転するモールド内に天然原料粉を供給して、遠心力によりルツボ形状の外層成型体を成型した後、該外層成型体を溶解して天然石英ガラス製半透明外層を形成する外層形成工程と、該外層の形成後に、該外層の内面側に合成原料粉を供給して、遠心力によりルツボ形状の中間層成型体を該外層の内面側に成型した後、該中間層成型体を溶解して該外層の内面側に合成石英ガラス製半透明中間層を形成する中間層形成工程と、該中間層の形成中もしくは形成後に、該中間層内の

加熱雰囲気内に新たに合成石英原料粉を供給し、ルツボ中間層の内面側に合成石英ガラス製透明内層を形成する内層形成工程、からなることを特徴とする。

【0026】本発明における石英ガラスルツボの原料粉としては、（結晶質の）天然石英粉、（結晶質の）合成石英粉、天然石英ガラス粉、合成石英ガラス粉等の各種粉体を適宜選択することが可能である。例えば、天然の水晶や珪砂・珪石等を粉砕し純化して得られる天然石英粉は、コスト上の利点とともに（作成された石英ガラス自体が）耐熱性に優れるというメリットがあるため、本発明の石英ガラスルツボの外層の原料として好適である。

【0027】また、より高純度の粉体である合成石英ガラス粉はルツボ内層及び中間層の原料として好適であり、具体的には、シリコンアルコキシド、ハロゲン化珪素（四塩化珪素ほか）、珪酸ソーダその他の珪素化合物を出発材料として、ゾルゲル法、スート法、火炎燃焼法等で得られる合成石英ガラス粉を適宜選択することができ、それ以外にもフュームドシリカや沈降シリカ等も利用できる。

【0028】さらに、作成される石英ガラスルツボの所望の物性（気泡の状態、密度、表面状態その他）に応じて、ガラス化した天然石英ガラス粉、結晶化した合成石英粉、又は前記各種粉体を混合したもの、ならびに結晶化促進や不純物遮蔽等に寄与する元素を含有するもの（アルミニウム化合物その他）及びそれらを混合したものを、外層もしくは内層又は中間層の原料として用いることができる。

【0029】すなわち、本発明の多層構造の石英ガラスルツボの各層の原料粉には、次のような二酸化珪素粉等が使用される。外層の原料粉については、天然石英粉が好適であり、その他に、天然石英ガラス粉、特定の元素を含有する天然石英粉又は天然石英ガラス粉、これらの各種粉体を混合したもの、といった天然原料粉が用いられる。また、内層及び中間層の原料粉については、合成石英ガラス粉が好適であり、その他に、合成石英粉、特定の元素を含有する合成石英ガラス粉又は合成石英粉、これらの各種粉体を混合したもの、といった合成原料粉が用いられる。

【0030】

【発明の実施の形態】以下に本発明の一つの実施の形態を添付図面に基づいて説明するが、図示例は例示的に示されるもので、本発明の技術思想から逸脱しない限り種々の変形が可能なことはいうまでもない。

【0031】図1は本発明の石英ガラスルツボの製造に使用される装置の一例と該装置を使用する石英ガラスルツボの製造方法を示す概略断面説明図である。図2は本発明の三層構造の石英ガラスルツボの一例の一部断面図である。図3は本発明の石英ガラスルツボの製造方法の第1の態様の工程図である。図4は本発明の石英ガラス

ルツボの製造方法の第2の態様の工程図である。

【0032】図1、図2及び図3によって、本発明の石英ガラスルツボの製造方法の第1の態様による多層構造の石英ガラスルツボの製造について説明する。図1において、回転するモールド1は回転軸2を備え、モールド1にはキャビティ1aが形成されている。

【0033】まず天然石英粉を回転するモールド1のキャビティ1a内に供給して遠心力により所望の厚みを持つルツボ形状の外層成型体3aに成型し、引き続きこの天然石英粉の外層成型体3aの内側に合成石英ガラス粉を供給して外層成型体3aの内側に沿って合成石英ガラス粉体層からなる中間層成型体13aを所望の厚さに成型する。次いで、この二層構造成型体Aをアーク放電により内側から加熱溶解し、溶解開始後またはほぼ同時に、二層構造成型体A内部へと新たに合成石英ガラス粉6をノズル9aから高温ガス雰囲気8内へと供給することにより、該二層構造成型体Aが溶解ガラス化されて半透明石英ガラスルツボ外層3及び中間層13が形成されるとともに、新たに供給された合成石英ガラス粉6が高温ガス雰囲気8内の熱により少なくとも一部が溶解されながら該中間層13の内壁面に向けて飛散せられてその内壁面に付着し、該中間層13の内側に実質的に無気泡の透明石英ガラス製内層4が形成される。

【0034】このようにして、天然石英粉を溶解することにより得られた天然石英ガラス製の多気泡の半透明外層3、合成石英ガラス粉を溶解することにより得られた合成石英ガラス製の無気泡の半透明中間層13、及び合成石英ガラス粉を溶解することにより得られた合成石英ガラス製透明内層4、の三層を有する本発明の石英ガラスルツボBが本発明の製造方法の第1の態様によって製造される。

【0035】内面からの加熱のために、図1に示すように電源53に接続されたカーボン電極51、52を備えるアーク放電装置5を使用することができる。アーク放電装置5の代わりにプラズマ放電装置を用いてもよい。この基体3の製造については、特公平4-22861号公報に詳細な記載がある。

【0036】図1に示す装置は、内層4を形成するために、モールド1の上方に合成石英ガラス粉6を収容する石英粉末供給槽を備える。この供給槽9には計量フィーダ92が設けられた吐出パイプ93に接続されている。供給槽9内には攪拌羽根91が配置される。型の上方は、排気10が行われる部分を残して蓋体7により覆われる。

【0037】基体3が形成された後、又は基体3の形成の途中において、アーク放電装置5のカーボン電極51、52からの放電による加熱を継続しながら、合成石英ガラス粉6供給のための計量フィーダ92を調整した開度に開いて、供給パイプ93から合成石英ガラス粉を基体3の内部に供給する。アーク放電装置5の作動によ

り、基体3内には高温ガス雰囲気8が形成されている。したがって、合成石英ガラス粉6は、この高温ガス雰囲気8中に供給されることとなる。

【0038】なお、高温ガス雰囲気とは、カーボン電極51、52を用いたアーク放電によりその周囲に形成された雰囲気を指し、石英ガラスを溶かすに十分な温度、つまり2千数百度の高温になっている。

【0039】上記した外層（基体）3及び内層4の形成方法（中間層13は除いて）は、前述した特公平4-22861号公報に詳細な記載がある。

【0040】次に、図1、図2及び図4によって、本発明の石英ガラスルツボの製造方法の第2の態様による多層構造の石英ガラスルツボの製造について説明する。

【0041】まず天然石英粉を回転するモールド1のキャビティ1a内に供給して遠心力によりルツボ形状の外層成型体3aとし、次いで内面から加熱溶解して天然石英ガラス製外層3を形成後、該外層3の内側に合成石英ガラス粉を供給して合成石英ガラス粉体層からなる中間層成型体13aを所望の厚さに成型し、その後、該中間層成型体13aをアーク放電により内側から加熱溶解し、溶解開始後またはほぼ同時に該中間層成型体13a内部へと合成石英ガラス粉6をノズル9から高温ガス雰囲気8内へと供給することにより、該中間層成型体13aも溶解ガラス化されて天然石英ガラス半透明外層3の内側に合成石英ガラス製半透明中間層13が形成されるとともに、新たに供給された合成石英ガラス粉6は、上述した第1の態様の場合と同様に、高温ガス雰囲気8内の熱により少なくとも一部が溶解されながら該中間層13の内壁面に向けて飛散せられてその内壁面に付着し、該中間層13の内側に実質的に無気泡の透明石英ガラス製内層4が形成される。

【0042】このようにして、天然石英粉を溶解することにより得られた天然石英ガラス製半透明外層3、合成石英ガラス粉を溶解することにより得られた合成石英ガラス製半透明中間層13、及び合成石英ガラス粉を溶解することにより得られた合成石英ガラス製透明内層4、の三層を有する本発明の石英ガラスルツボBが本発明の製造方法の第2の態様によっても同様に製造される。

【0043】上記した本発明方法の第1の態様は外層3及び中間層13の過熱溶解を同時に行うので、これを別々に行う第2の態様よりも作業効率が高い利点があり、第2の態様においては外層3及び中間層13の加熱溶解条件を別々に設定して各層の性状を自在に調整できる有利性がある。

【0044】

【実施例】以下に実施例をあげて本発明をさらに具体的に説明するが、これらの実施例は例示的に示されるもので限定的に解釈されるべきでないことはいうまでもない。

【0045】（実施例1）図1の装置を用い、図3に示

した方法により、天然石英粉を回転するモールド内に供給して厚さ30mmの粉体層からなる外層成型体を成型し、引き続き合成石英ガラス粉を供給して、該外層成型体の内側に沿って合成石英ガラス粉を1.5mmの厚さの中間層成型体を成型し、これにより二層構造の成型体を成型した。

【0046】次いで、この二層構造の成型体をアーク放電により内側から加熱熔融すると同時に、その高温ガス雰囲気中に透明層の形成材料として新たに合成石英ガラス粉を100g/min.の割合で供給し、直径22インチの三層構造の石英ガラスルツボを製造した。得られた三層構造の石英ガラスルツボは、天然石英ガラスからなる半透明の外層の厚さが8mm、合成石英ガラスからなる半透明の中間層の厚さが1mm、合成石英ガラスからなる透明な内層の厚さが1mmで構成されており、ルツボ全体の肉厚は10mmであった。この石英ガラスルツボにポリシリコンを充填、熔融して単結晶の引上げを行ったところ、表1に示すようにシリコン融液表面の振動は発生せず、安定して引上げを行なうことができた。

【0047】(実施例2) 実施例1と同様の方法により、天然石英粉を回転するモールド内に供給して厚さ25mmの粉体層からなる外層成型体を成型し、引き続き合成石英ガラス粉を供給して、該外層成型体の内側に沿って合成石英ガラス粉を5mmの厚さの中間層成型体を成型し、これにより二層構造の成型体を成型した。

【0048】次いで、この二層構造の成型体をアーク放電により内側から加熱熔融すると同時に、その高温ガス雰囲気中に新たに合成石英ガラス粉を100g/min.の割合で供給し、直径22インチの三層構造の石英ガラスルツボを製造した。得られた三層構造の石英ガラスルツボは、天然石英ガラスからなる半透明の外層の厚さが5mm、合成石英ガラスからなる半透明の中間層の厚さが4mm、合成石英ガラスからなる透明な内層の厚さが1mmで構成されており、ルツボ全体の肉厚は10mmであった。この石英ガラスルツボを用いて実施例1と同様の方法でシリコン単結晶の引上げを行ったところ、表1に示すようにシリコン融液表面の振動は発生せず、安定\*

\*して引上げを行なうことができた。

【0049】(実施例3) 実施例1と同様の方法により、天然石英粉を回転するモールド内に供給して厚さ20mmの粉体層からなる外層成型体を成型し、引き続き合成石英ガラス粉を供給して、該外層成型体の内側に沿って合成石英ガラス粉を1.5mmの厚さの中間層成型体を成型し、これにより二層構造の成型体を成型した。

【0050】次いで、この二層構造の成型体をアーク放電により内側から加熱熔融すると同時に、その高温ガス雰囲気中に新たに合成石英ガラス粉を300g/min.の割合で供給し、直径22インチの三層構造の石英ガラスルツボを製造した。得られた三層構造の石英ガラスルツボは、天然石英ガラスからなる半透明の外層の厚さが2mm、合成石英ガラスからなる半透明の中間層の厚さが1mm、合成石英ガラスからなる透明な内層の厚さが7mmで構成されており、ルツボ全体の肉厚は10mmであった。この石英ガラスルツボを用いて実施例1と同様の方法でシリコン単結晶の引上げを行ったところ、表1に示すようにシリコン融液表面の振動は発生せず、安定して引上げを行なうことができた。

【0051】(比較例1) 実施例1と同様の方法により、天然石英粉を回転するモールド内に供給して厚さ30mmの天然石英粉のみからなる成型体を形成し、この成型体をアーク放電により内側から加熱熔融すると同時に、その高温ガス雰囲気中に新たに合成石英ガラス粉を100g/min.の割合で供給し、直径22インチの二層構造の石英ガラスルツボを製造した。得られた二層構造の石英ガラスルツボは、天然石英ガラスからなる半透明の外層の厚さが9mm、合成石英ガラスからなる透明な内層の厚さが1mmで構成されており、ルツボ全体の肉厚は10mmであった。この石英ガラスルツボを用いて実施例1と同様の方法でシリコン単結晶の引上げを試みたが、表1に示すようにシリコン融液表面に激しい振動が発生し、引上げ工程を途中で中止した。

【0052】

【表1】

	実施例1	実施例2	実施例3	比較例1
天然石英ガラス 半透明 外層 (mm)	8	5	2	9
合成石英ガラス 半透明 中間層 (mm)	1	4	1	-
合成石英ガラス 透明 内層 (mm)	1	1	7	1
融液表面振動	無	無	無	有

【0053】

【発明の効果】以上述べたごとく、本発明の多層構造の石英ガラスルツボによれば、シリコン単結晶を引き上げる際のシリコン融液表面の振動を抑制することができ、

高い歩留まりで安定してシリコン単結晶を引き上げることができるという効果を奏する。また、本発明の石英ガラスルツボの製造方法によれば、上記した多層構造の石英ガラスルツボを効率よく製造できるものである。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の石英ガラススツボの製造に使用される装置の一例と該装置を使用する石英ガラススツボの製造方法を示す概略断面説明図である。

【図2】 本発明の多層構造の石英ガラススツボの一例の一部断面図である。

【図3】 本発明の石英ガラススツボの製造方法の第1の態様の工程図である。

【図4】 本発明の石英ガラススツボの製造方法の第2の態様の工程図である。

\*10

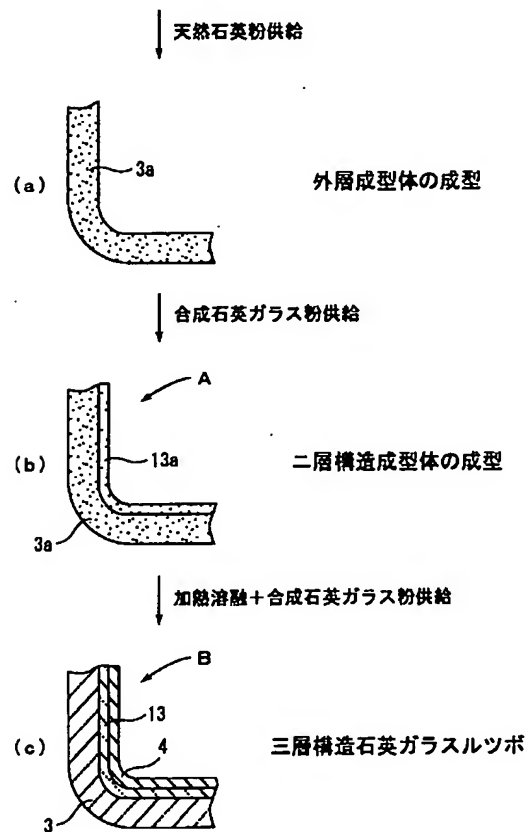
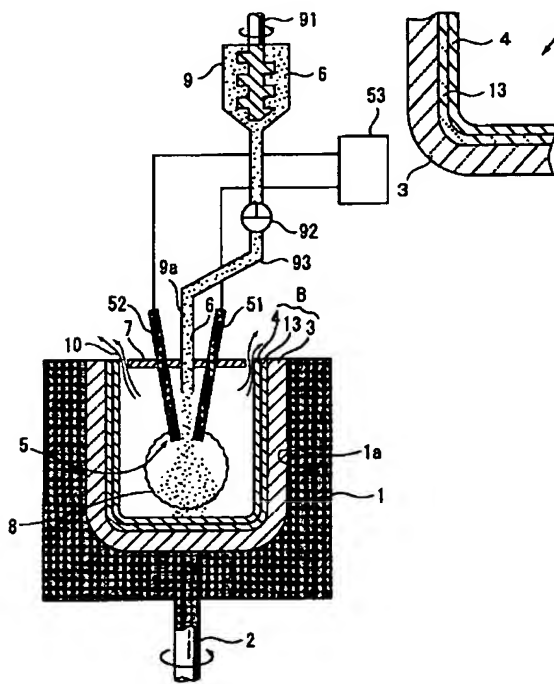
## \*【符号の説明】

1：モールド、1a：キャビティ、2：回転軸、3：半透明石英ガラス製外層、3a：外層成型体、4：透明石英ガラス製内層、5：アーク放電装置、6：合成石英ガラス粉、7：蓋体、8：高温ガス雰囲気、9：供給槽、9a：ノズル、10：排気、13：半透明石英ガラス製中間層、13a：中間層成型体、51、52：カーボン電極、53：電源、91：攪拌羽根、92：計量フィーダ、93：供給パイプ。

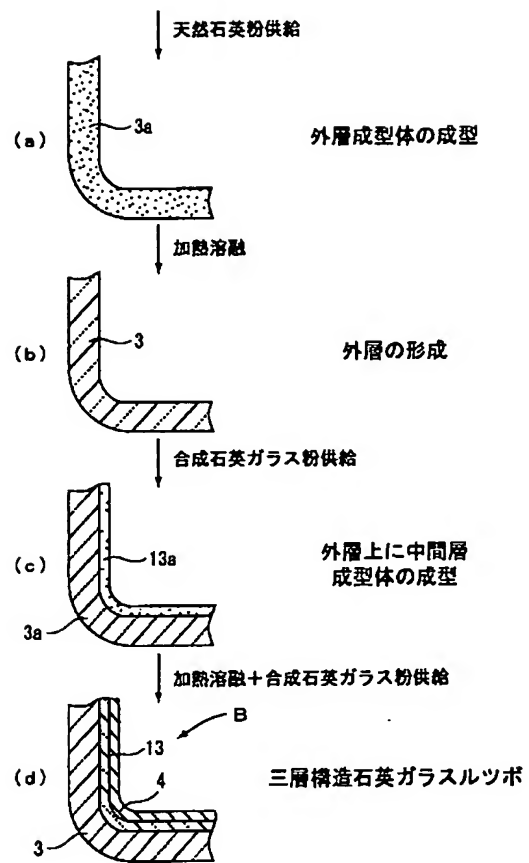
【図1】

【図2】

【図3】



【図4】





This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☒ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images  
problems checked, please do not report the  
problems to the IFW Image Problem Mailbox**